SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-2115-1991

Selulosa asetat

ICS 71.060.99

Daftar isi

Halaman

Selulosa asetat

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengemasan, syarat penandaan, cara pengambilan contoh dan cara uji selulosa asetat.

2 Definisi

Selulosa asetat adalah selulosa yang berupa gugusan hidroksilnya diganti oleh gugusan asetil (- $OCCH_3$) dengan rumus kimia [$C_6H_7O_2$ $(COOCH_3)_x$ $]_y$. berbentuk padatan putih tak beracun, tak berasa, tak berbau, untuk pembuatan serat.

3 Syarat mutu

Syarat mutu selulosa asetat dapat dilihat pada tabel dibawah ini.

No.	Uraian	Persyaratan
1.	Kadar asetil, %	39,0 – 40,0
2.	Viskositas instrinsik, desiliter/gram (pelarut aseton)	1,5 – 1,8
3.	Stabilitas terhadap panas	Tidak terjadi pengarangan pada pemanasan 180°C selama 8 jam; nilai perubahan viskositas intrinsik sesudah pemanasan agar dicantumkan sesuai dengan hasil analisa.

4 Cara Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0428-1989, *"Petunjuk pengambilan contoh padatan"*

5 Cara uji

5.1 Kadar asetil atau asam asetat

5.1.1 Peralatan

a) Penyerbuk "Wiley mill"
b) Saringan No. 20 (841 mikron)
c) Botol timbang berdiameter 50 mm
d) Labu Erlenmeyer 250 ml
e) Gelas ukur 50 ml
f) Buret 50 ml
g) Penangas air

5.1.2 Pereaksi

a) Etanol 75 % volume
b) 0,5 N Asam klorida
c) 0,5 N Natrium hidroksida
d) 0,1 N Natrium hidroksida

5.1.3 Cara kerja

5.1.3.1 Haluskan dengan penyerbuk "Wiley mill" sampai 100 % loloskan saringan No. 20 (841 mikron).

5.1.3.2 Keringkan contoh sebanyak ± 1 g dalam botol timbang pada suhu 105^0C selama 2 jam, tutup dan dinginkan dalam eksikator.

5.1.3.3 Timbang dengan teliti botol timbang beserta contoh yang ada di dalamnya. Masukkan contoh ke dalam labu Erlenmeyer 250 ml yang tertutup, kemudian timbang kembali botol timbang yang telah kosong. Selisih beratnya menyatakan berat contoh yang diuji.

5.1.3.4 Tambahkan 40 ml etanol 75 % ke dalam labu Erlenmeyer yang telah berisi contoh dan lakukan pula uji blangko.

5.1.3.5 Panaskan labu Erlenmeyer 5.1.3.4. dengan tutup sedikit terbuka pada suhu 50 - 60^0 C selama 30 menit. Tambahkan 40 ml 0,5 N, NaOH panaskan kembali pada suhu 50 - 60^0 C selama 15 manit. Rapatkan kembali tutup labu Erlenmeyer dan biarkan pada suhu kamar 48 jam, atau selama 48 jam, atau selama 72 jam apabila kadar asetil lebih besar dari 43% atau contoh sangat keras seperti tanduk.

5.1.3.6 Titrasi kelebihan nartium hidroksida dengan 0,5 N asam klorida dengan indikator phenolphtalein. Setelah titik netral tercapai tambahkan lagi 1 ml 0,5 N asam klorida.

5.1.3.7 Biarkan selama semalam untuk memberi kesempatan natrium hidroksida berdifusi.
Hilangnya warna merah muda menunjukkan netralisasi natrium hidroksida yang sempurna.
Titrasi kembali kelebihan asam klorida dengan 0,1 N larutan natrium hidroksida sampai warna merah muda timbul kembali.
Tutup labu Erlenmeyer dengan rapat dan goyangkan kuat-kuat.

5.1.3.8 Bila warna merah muda hilang, lanjutkan titrasi sampai warna merah muda tidak hilang pada waktu digoyangkan dengan kuat.
Catat volume NaOH yang digunakan.

5.1.3.9 Lakukan perhitungan 5.1.3.4 sampai dengan 5.1.3.8 pengerjaan blangko.

5.1.4 Perhitungan

Kadar asetil dinyatakan sebagai asetil atau asetat dan dihitung sebagai berikut :
Kadar asetil atau asam asetat, % = $[(D-C) N_a + (A-B) N_b] \times (F/W)$.

A : Volume Na OH untuk titrasi contoh (ml)
B : Volume Na OH untuk titrasi blangko (ml)
C : Volume HCl untuk titrasi contoh (ml)
D : Volume HCl untuk titrasi blangko (ml)
Na : Normalitas HCl
Nb : Normalitas Na OH untuk titrasi kelebihan HCl
F : 4,305 (untuk kadar asetil)
: 6,005 (untuk kadar asam asetat)
W : berat contoh (gram)

5.2 Viskositas intrinsik

"Viskometer intrinsik" dinyatakan dalam desiliter larutan per gram zat terlarut, dan penetapannya dilakukan dengan cara mengukur waktu alir larutan yang diketahui kepekatannya dan waktu alir pelarut yang dipergunakan.

5.2.1 Peralatan

a) Viskometer kapiler yang memberikan waktu alir pelarut tidak kurang dari 70 detik, misalnya tabung viskometer kapiler wagnet (Gambar 1) atau pipet Ostwald - Fenske - Cannon.
b) Penangas air
c) Stopwatch dengan skala terkecil 0,1 detik.
d) Labu Erlenmeyer slip 250 ml.

5.2.2 Pereaksi

Aseton 99,4 % + 0,1 % kadar air 0,3 - 0,5 % dan etil alkohol kurang dari 0,3 %

5.3 Cara kerja

5.3.1 Persiapan contoh

a) Timbang ± 0,26 g contoh dalam botol timbang. keringkan pada suhu 105 ± 3°C selama 2 jam di dalam lemari pengering. Kemudian tutup botol timbang dan dinginkan dalam eksikator.

b) Timbang lagi dengan teliti botol timbang beserta contoh didalamnya, kemudian pindahkan contoh yang sudah kering ke dalam labu Erlenmeyer slip.

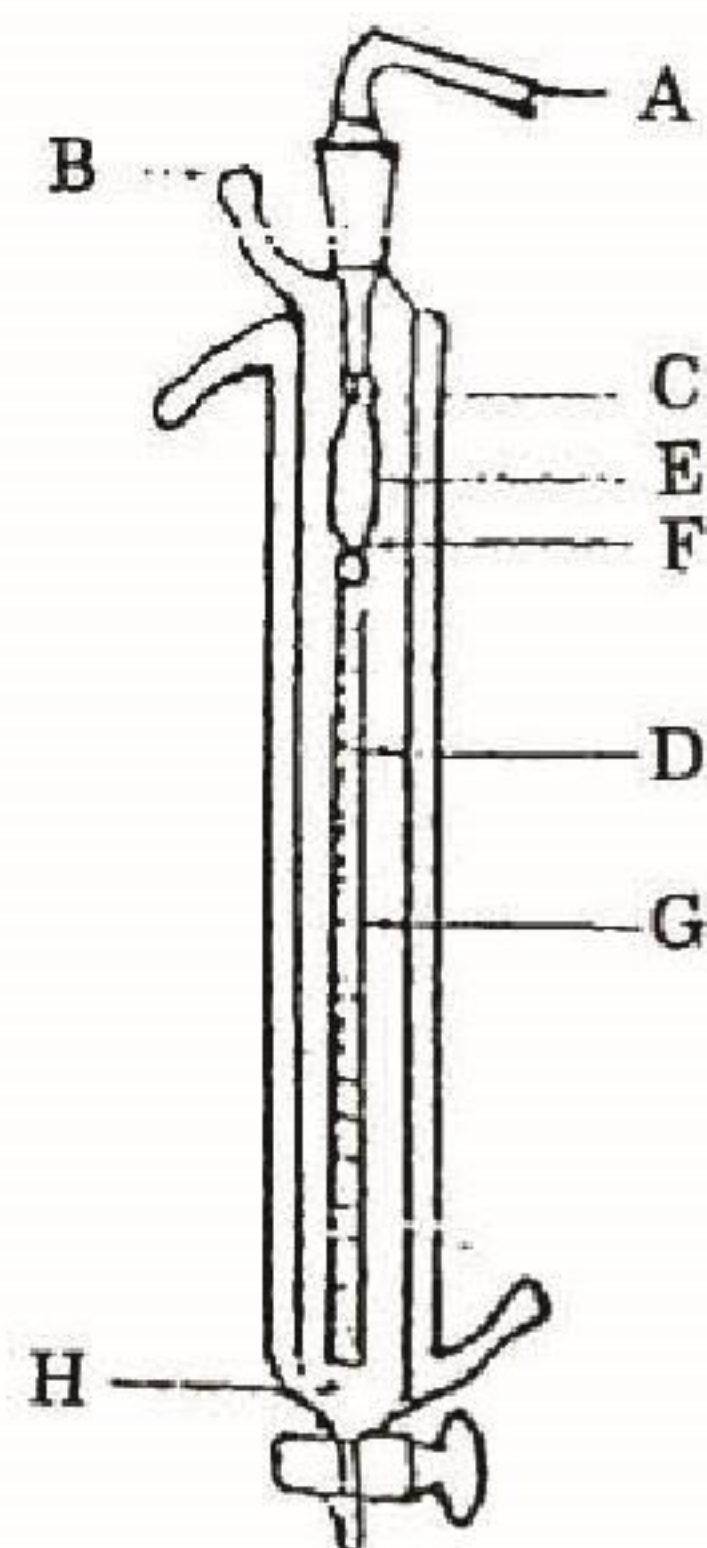
c) Timbang kembali botol timbang yang telah kosong.

d) Masukkan 100 ml aseton atau pelarut lain (Tabel 1) ke dalam labu Erlenmeyer slip. Setelah contoh larut, letakkan Erlenmeyer dalam penangas air dengan suhu 25°C.

e) Lakukan hal yang sama terhadap pelarutnya saja, sementara itu kondisikan viskometer pada (25 ± 0,1)°C.

5.3.2 Pengukuran viskositas

a) Bilas tabung penampung dan bagian luar pipa kapiler dengan pelarut.

b) Bilas bagian dalam pipakapiler 2 kali dengan menggunakan tekanan melalui saluran pipa A dan B secara bergantian dapat dilihat pada gambar 1.

Gambar 1

Viskometer tabung kapiler wagner

c) Buang larutan bekas pembilas

d) Masukkan pelarut ke dalam tabung penampung dan biarkan beberapa menit untuk tercapainya kesempurnaan aliran pelarut dan keseimbangan suhu.

e) Atur tinggi pelarut dalam tabung penampung (D) agar mendapatkan waktu alir antara 70 - 100 detik. Tekanan udara diberikan melalui mulut pipa B sehingga permukaan pelarut dalam pipa kapiler melampaui tanda C pada labu pengukur E. Kemudian tekanan udara pada B dihilangkan agar permukaan pelarut turun lagi.

f) Catat waktu yang diperlukan oleh pelarut untuk turun dari tanda batas C sampai tanda batas F. Pembacaan dilakukan 2 kali dan ambil harga minimumnya. Jika waktu alir pelarut kurang dari 70 detik maka permukaan larutan dalam tabung penampang harus dibuat lebih tinggi dari semula dengan cara menambah larutan.
g) Jika waktu alir lebih dari 100 detik maka pelarut dalam tabung penampung dikurangi dengan jalan membuka kran bawah, sedemikian sehingga waktu alir mencapai 70 - 100 detik.
h) Ulangi percobaan ini untuk larutan contoh.

5.3.3 Perhitungan

Viskositas instrinsik dihitung berdasarkan nilai viskositas nisbi.

5.3.3.1 Viskositas nisbi (η nisbi) dihitung sebagai berikut :

$$\eta \text{nisbi} = t1/t2$$

di mana :

t1 = waktu alir larutan contoh

t2 = waktu alir pelarut

5.3.3.2 Viskositas instrinsik (η) dihitung sebagai berikut :

$$\eta = (k/c) \times [\text{antilog} [(\log \eta \text{nisbi})/k) - 1]$$

k = nilai dari Tabel 1

c = kepekatan (gram/desimeter).

Tabel 1

Pelarut-pelarut untuk penetapan viskositas instrinsik

Pelarut[a]	Perbandingan % berat	Angka untuk perhitungan
A	90% Aseton[b] 10% Etil alkohol[c]	10
B	Aseton[b]	10
C atau D	90% metil klorida[d] 10% etil alkohol[c]	3
E	96% aseton[b] 4% air	10
F	90% metil klorida[d] 10% metanol[c]	3

a = Komposisi pelarut disesuaikan dengan penggunaan dalam Tabel 2 untuk penetapan viskositas.
b = Aseton (99,4 ± 0,1 %) kadar air 0,3 - 0,5 % dan etil alkohol kurang dari 0,3%.
c = Etil alkohol (95% volume)
d = Metilen klorida yang mendidih pada 39,2 - 40,0°C dan keasaman dihitung sebagai asam klorida kurang dari 0,001 %.
e = Metil alkohol (massa jenis 20°C - 0,785 - 0,795).

Tabel 2

Larutan untuk penetapan viskositas

	FORMULA					
	A	B	C	D	E	F
	Perbandingan berat					
Selilosa asetat	20[a]	20[a]	20[b]	15[c]	20[a]	10[c]
Aseton[d]	72	80				
Aseton 96%)						
Air 4%)					80	
Etil alkohol[e]	8		8	8,6		
Metil alkohol[f]						9
Metilen khlorida[g]			72	76,5		81
	Rapat massa pelarut g/ml pada 25°C					
	0,84	0,86	1,25	1,23	0,86	1,24

a = Kadar asetil maksimum 40,5%
b = Kadar asetil 40,5% - 42,7%
c = Kadar asetil 42,7% - 44,8%
d = Aseton (99,4 ± 0,1%) kadar air 0,3 - 0,5% etil alkohol kurang dari 0,3%
e = Etil alkohol (95 % volume)
f = Metil alkohol (massa jenis 20°C = 0,785 - 0,795)
g = Metilen klorida yang mendidih pada 39,2 - 40,0°C dan keasaman dihitung sebagai asam klorida kurang dari 0,0001 %.

5.4 Stabilitas terhadap panas

5.4.1 Peralatan

a) Balok pemanas, berupa balok logam yang dilengkapi dengan pemanas listrik dan lubang pada bagian atas untuk meletakkan tabung uji contoh secara termostat, termometer. Balok pemanas dilengkapi pula dengan isolator.
b) Tabung contoh uji, tersebut dari gelas tembus pandang dan bertutup.
   Ukuran tabung adalah :
   diameter 18 mm, tinggi 150 mm atau
   diameter 20 mm, tinggi 150 mm.

5.4.2 Bahan kimia yang digunakan

Pelarut yang terdiri dari 90% berat metilen klorida dan 10% berat metilen alkohol.

5.4.3 Cara kerja

5.4.3.1 Haluskan contoh dengan penyerbukan "Willey will" sampai 100% lolos melalui saringan No. 20 (841 Mikron).

5.4.3.2 Tempatkan serbuk contoh 5.3.3.1 ke dalam tabung contoh uji yang sudah bersih; tekan sampai padat sedemikian rupa sehingga permukaannya datar kemudian ditutup.

5.4.3.3 Letakkan tabung uji pada lubang balok pemanas, kemudian panaskan pada 180^0C selama 8 jam.

5.4.4 Evaluasi stabilitas terhadap panas

5.4.4.1 Amati keseragaman warna contoh 5.3.3.3 serta timbulnya pengarangan.

5.4.4.2 Perubahan viskositas

a) Ukuran viskositas instrinsik contoh yang telah dipanasi (5.4.3)

b) Stabilitas terhadap panas dinyatakan sebagai persen penurunan nilai viskositas instrinsik akibat pemanasan.

6 Cara pengemasan

Bahan dikemas dalam wadah yang aman selama transportasi, penanganan dan penyimpanannya.

7 Syarat penandaan

Pada tabel harus dicantumkan :

a) Nama produsen
b) Nama produk/nama dagang
c) Kadar asetil
d) Berat bersih.